

PCT
 WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
 Internationales Büro
 INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
 INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)



(51) Internationale Patentklassifikation ⁶: G01N 23/223, G21K 1/06	A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 95/24638 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 14. September 1995 (14.09.95)
(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE95/00329 (22) Internationales Anmeldedatum: 6. März 1995 (06.03.95) (30) Prioritätsdaten: P 44 08 057.3 7. März 1994 (07.03.94) DE (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): IFG INSTITUT FÜR GERÄTEBAU GMBH [DE/DE]; Stavanger Strasse 19, D-10439 Berlin (DE). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): LANGHOFF, Norbert [DE/DE]; Schulzendorfer Strasse 12, D-12526 Berlin (DE). KUMAKHOV, Muradin, Abubekirovich [RU/RU]; Nabereshnaja Novikowa-Priboja 5, Moskau (RU). GORNY, Hans-Eberhard [DE/DE]; Onckenstrasse 10, D-12435 Berlin (DE). (74) Anwälte: HENGELHAUPT, Jürgen, D. usw.; Gulde Hengelhaupt Ziebig, Lützowplatz 11-13, D-10785 Berlin (DE).	(81) Bestimmungsstaaten: BG, BR, CA, CN, CZ, HU, JP, KP, KR, LV, PL, RO, RU, SK, UA, US, VN, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i> <i>Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist. Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.</i>	

(54) Title: X-RAY PROCESS AND DEVICE FOR ANALYSING SUBSTANCES AND STRUCTURES

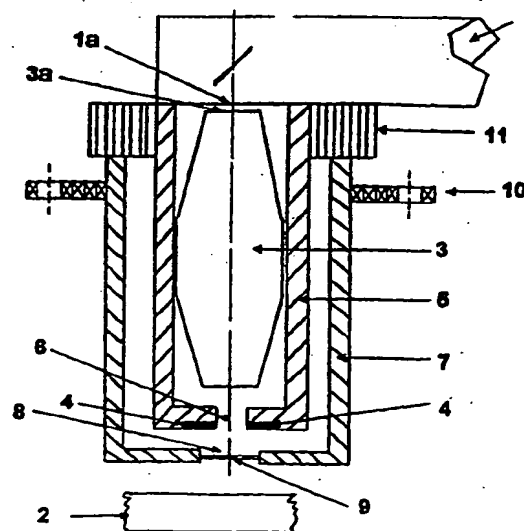
(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR RÖNTGEN-, STOFF- UND STRUKTURANALYSE

(57) Abstract

An X-ray process and device are disclosed for analysing substances and structures. The primary radiation emitted by a radiation source excites a test object to emit secondary radiation, and the secondary radiation is sensed and then evaluated by a receiver. The essential characteristic of the invention is that the passage of the primary or secondary radiation through at least optical elements that consist of a plurality of very thin hollow capillaries, for example made of glass, in which the radiation is paralleled, focused and/or made monochromatic, allows the radiation source or the receiver to be arranged at a distance in space from the test object and low intensity radiation sources to be used. The invention has special application for measuring the thickness of layers, for coupling X-ray fluorescence spectroscopy with microscopy, for designing line optics and for designing a simple but powerful tomograph. A device for continuously measuring in a non-destructive manner the thickness of layers while the layers are produced is illustrated in figure 1.

(57) Zusammenfassung

Die Erfindung beschreibt ein Verfahren und Vorrichtungen zur Röntgen-, Stoff- und Strukturanalyse, wobei die von einer Strahlungsquelle ausgesandte Primärstrahlung ein Meßobjekt zur Aussendung von Sekundärstrahlung anregt und diese Sekundärstrahlung von einem Empfänger erfaßt und nachfolgend ausgewertet wird. Das Wesen der Erfindung besteht darin, daß durch den Verlauf der Primär- bzw. Sekundärstrahlung durch mindestens Optikelemente, welche aus einer Vielzahl sehr dünner, hohler Kapillaren, beispielsweise aus Glas, bestehen und in welchen die Strahlung parallelisiert und/oder fokussiert und/oder monochromatisiert wird, sowohl eine räumlich entfernte Anordnung der Strahlungsquelle bzw. des Empfängers vom Meßobjekt als auch die Verwendung von Strahlungsquellen mit geringer Strahlungsintensität ermöglicht wird. Spezielle Anwendungen der Erfindung sind die Schichtdickenmessung, die Kopplung der Röntgenfluoreszenzspektroskopie mit der Mikroskopie, die Realisierung einer Zeilenoptik sowie die Realisierung eines einfachen, aber leistungsfähigen Tomographen. Eine erfindungsgemäße Vorrichtung zur kontinuierlichen zerstörungsfreien Messung der Schichtdicke während des Schichtherstellungsprozesses ist in der Figur dargestellt.



LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Österreich	GA	Gabon	MR	Mauretanien
AU	Australien	GB	Vereinigtes Königreich	MW	Malawi
BB	Barbados	GE	Georgien	NE	Niger
BE	Belgien	GN	Guinea	NL	Niederlande
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	NO	Norwegen
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	NZ	Neuseeland
BJ	Benin	IE	Irland	PL	Polen
BR	Brasilien	IT	Italien	PT	Portugal
BY	Belarus	JP	Japan	RO	Rumänien
CA	Kanada	KE	Kenya	RU	Russische Föderation
CF	Zentrale Afrikanische Republik	KG	Kirgisistan	SD	Sudan
CG	Kongo	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SE	Schweden
CH	Schweiz	KR	Republik Korea	SI	Slowenien
CI	Côte d'Ivoire	KZ	Kasachstan	SK	Slowakei
CM	Kamerun	LI	Liechtenstein	SN	Senegal
CN	China	LK	Sri Lanka	TD	Tschad
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	TG	Togo
CZ	Tschechische Republik	LV	Lettland	TJ	Tadschikistan
DE	Deutschland	MC	Monaco	TT	Trinidad und Tobago
DK	Dänemark	MD	Republik Moldau	UA	Ukraine
ES	Spanien	MG	Madagaskar	US	Vereinigte Staaten von Amerika
FI	Finnland	ML	Mali	UZ	Usbekistan
FR	Frankreich	MN	Mongolei	VN	Vietnam

5

10

Verfahren und Vorrichtung zur
Röntgen-, Stoff- und Strukturanalyse

15

Beschreibung

20

25

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Röntgen-, Stoff- und Strukturanalyse, wobei die von einer Strahlungsquelle ausgesandte Primärstrahlung ein Meßobjekt zur Aussendung von Sekundärstrahlung anregt und diese Sekundärstrahlung von einem Empfänger erfaßt und nachfolgend ausgewertet wird.

30

Die Erfindung ist anwendbar beispielsweise auf den Gebieten der Meßtechnik, insbesondere der Prozeßmeßtechnik, der Materialdiagnostik und der Medizin.

35

Als neues Anwendungsgebiet erschlossen wird die kontinuierliche Schichtdickenmessung, die Kopplung der Röntgenfluoreszenzspektroskopie mit der Mikroskopie, die

Messung kosmischer Röntgenstrahlung sowie die neuartige Realisierung von Röntgenzeilenoptiken und Tomographen.

5 Die Anwendung von Röntgenstrahlung in der Stoff- und Strukturanalytik sowie in der medizinischen Diagnostik und Therapie hat eine lange Tradition. Fortschritte in der Anwendung und bei der spezifischen Gerätetechnik sind immer dann eingetreten, wenn Forschungs- und Entwicklungsergebnisse anderer Fachdisziplinen und Fachbe-
10 reiche übertragen und angewandt werden konnten.

Es war beispielsweise eine langgehegte Hoffnung von Physikern und Ingenieuren, Bauelemente in die Hand zu bekommen, die eine analoge Beeinflussung von Röntgen-
15 strahlung gestatten, wie dies im optischen Bereich durch die Verwendung von Glas für Linsen oder Lichtleiter möglich ist.

Die Entwicklung und Anwendung derartiger Optiken verlief jedoch bislang im wesentlichen im Rahmen militärischer Projekte. Eine zivile Nutzung und Anwendung ist
20 bisher nicht bekannt.

Die klassische Röntgenfluoreszenzspektroskopie und die Elektronenenergieanalyse findet seit langem in der
25 Materialanalyse Verwendung.

Technisch wird bei der Röntgenfluoreszenzspektroskopie so vorgegangen, daß die zu untersuchende Probe mit der polychromatischen Strahlung einer Röntgenröhre oder der
30 monochromatischen Strahlung einer Nuklidquelle zur Aussendung der Fluoreszenzstrahlung angeregt wird. Die Röntgenfluoreszenzstrahlung entsteht, wenn durch Röntgenquanten Elektronen in den Atomen von den inneren Schalen auf weiter außen gelegene Schalen gehoben werden und zum Ersatz andere Schalen-Elektronen zurückfal-
35

len. Die Fluoreszenzanregung ist auch mit Gamma-Elektronen- oder Ionenstrahlen möglich. Die Sekundärstrahlung wird geeignet registriert und die Signale werden elektronisch weiter verarbeitet.

5 Jedes von einem Element emittierte Röntgenfluoreszenzspektrum besteht im Gegensatz zu dem linienreichen optischen Spektrum aus nur wenigen charakteristischen Linien, anhand derer es eindeutig identifiziert werden kann. Zur quantitativen Analyse wird neben der Energie
10 auch die Intensität der emittierten Strahlung gemessen, denn diese ist proportional dem Gehalt des betreffenden Elements in der Probe, das heißt, dem Produkt aus Schichtdicke und Konzentration. Somit ist die Röntgenfluoreszenzspektroskopie prinzipiell
15 auch zur Bestimmung der Schichtdicke geeignet.

Nachteilig an den bisher bekannten Methoden und Röntgenfluoreszenzspektroskopiemeßeinrichtungen ist, daß
20 sowohl die Strahlungsquelle als auch das Detektionssystem konstruktiv in unmittelbarer Nähe des Meßortes angeordnet sein müssen.

Die Größe dieser Baugruppen gestattete bisher keine Konstruktionslösungen, bei denen größere Verluste sowohl bei der Anregungs- als auch der Meßintensität vermieden werden können. Nachteilig ist ebenfalls die
25 hieraus resultierende hohe notwendige Strahlungsintensität der Strahlungsquelle.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein
30 Verfahren und Vorrichtungen zur Röntgen-, Stoff- und Strukturanalyse zu schaffen, wobei die Strahlungsquelle und/oder das Detektionssystem nicht in unmittelbarer Nähe des Meßobjektes angeordnet sein müssen, Strahlungsquellen geringer Intensität verwendet werden
35 können und mit einfachen und preiswerten Mitteln sowohl

kontinuierliche als auch diskontinuierliche Messungen und Analysen durchgeführt werden können.

Es ist weiterhin Aufgabe der Erfindung, neue Anwendungsgebiete für Röntgenoptiken zu erschließen.

Diese Aufgaben werden erfindungsgemäß gelöst durch die Merkmale im kennzeichnenden Teil der Ansprüche 1, 10, 12 und 14 in Verbindung mit den jeweiligen Oberbegriffen sowie die Ansprüche 26 bis 32.

Zweckmäßige Ausgestaltungen der Erfindung sind in den jeweiligen Unteransprüchen enthalten.

Der besondere Vorteil der Erfindung besteht darin, daß durch den Verlauf der von einer Strahlenquelle ausgesandten Strahlung durch ein erstes Optikelement, in welchem die Strahlung parallelisiert und/oder fokussiert und/oder monochromatisiert wird und unmittelbar nach Verlassen des ersten Optikelementes auf das Meßobjekt trifft, dort die Fluoreszenzstrahlung erzeugt und die Fluoreszenzstrahlung von in unmittelbarer Nähe zum Meßobjekt angeordneten Detektionssystemen empfangen wird, sowohl eine räumlich entfernte Anordnung der Strahlungsquelle vom Meßobjekt als auch die Verwendung von Strahlungsquellen mit geringer Strahlungsintensität ermöglicht wird.

Ein weiterer Vorteil der Erfindung in Bezug auf eine höhere Meßgenauigkeit sowie den Einsatz geringerer Strahlungsintensitäten resultiert dadurch, daß

- die vom Meßobjekt ausgesandte Sekundärstrahlung mindestens einem zweiten Optikelement zugeführt wird

die Sekundärstrahlung in dem zweiten Optikelement parallelisiert und/oder fokussiert und/oder gefiltert wird

- die Sekundärstrahlung nach Verlassen des zweiten Optikelementes auf ein Detektionssystem trifft und von diesem in ein elektrisches Signal umgewandelt wird.

Je nach Anwendungsfall kann die Primärstrahlung Röntgenstrahlung und die Sekundärstrahlung Fluoreszenzstrahlung sein oder aus Photoelektronen bestehen oder die Primärstrahlung aus Elektronen bestehen und die Sekundärstrahlung Röntgenstrahlung sein.

Durch die Ausbildung der Optikelemente aus anorganischen oder organischen Materialien oder einer Kombination daraus und die Gestaltung als eine Vielzahl sehr dünner, hohler Kapillaren, wobei die anorganischen Materialien beispielsweise Glas und/oder Keramik und/oder Metall und die organischen Materialien Polymere und/oder Polymergemische und/oder Komposite mit polymer Matrix sein können, wird erreicht, daß die Röntgenphotonen an den Innenflächen der Kapillaren total reflektiert und durch eine vorherberechnete Krümmung der Kapillaren in eine erwünschte Richtung gelenkt werden. Die zulässigen Krümmungsradien und Kapillarendurchmesser hängen von der Energie der Röntgenphotonen und den optischen Forderungen generell ab.

Ein weiterer Vorteil der Erfindung besteht darin, daß die Analysen kontinuierlich oder diskontinuierlich erfolgen können, wobei das Meßobjekt entlang der

Optikelemente oder die Optikelemente entlang dem Meßobjekt bewegt werden.

Ein einfacher Aufbau einer erfindungsgemäßen Vorrichtung, bestehend aus mindestens einer Strahlungsquelle zur Anregung und einem Detektor zum Empfang der Fluoreszenzstrahlung wird dadurch realisiert, daß zwischen Strahlungsquelle und Meßobjekt mindestens ein erstes Optikelement und in unmittelbarer Nähe zum Meßobjekt mindestens ein Detektor angeordnet wird.

Speziell für die kontinuierliche Messung der Schichtdicke während des Prozesses, beispielsweise der Beschichtung von Trägern mit Metallschichten zur Oberflächenvergütung, wie das Elektronenstrahl-Metallband-Bedampfen, das Vakuum-Bedampfen von Kunststoffolien oder die Spartabeschichtung von Flachglas wird ein kostengünstiger Aufbau einer Vorrichtung unter Verwendung einer luftgekühlten Kleinröntgenröhre dadurch realisiert, daß der Strahlungsausgang der Kleinröntgenröhre mit dem Strahlungseingang eines ersten Optikelementes verbunden ist, wobei das erste Optikelement in einem inneren Gehäuse, welches an seiner Unterseite eine Öffnung und Detektoren aufweist, angeordnet ist, und das innere Gehäuse von einem äußeren Gehäuse umgeben ist, welches ebenfalls eine Öffnung aufweist.

Ein zusätzlicher Vorteil der Erfindung resultiert daraus, daß durch die Verwendung eines zwischen Strahlungsquelle und Meßobjekt angeordnetem ersten Optikelemente, bestehend beispielsweise aus einer Vielzahl sehr dünner, hohler Glaskapillaren, zur diskontinuierlichen Materialanalyse die Kopplung mit einem Lichtmikroskop ermöglicht wird. Dieses neue Anwendungsgebiet ist besonders für solche Proben

geeignet, die sich bisher einer Präparation für die Untersuchung in Rasterelektronenmikroskopen entzogen.

Weitere neue Anwendungsgebiete der Erfindung resultieren aus der Verwendung der Optikelemente zur kontinuierlichen linienförmigen Durchstrahlung des zu untersuchenden Objektes und damit einer Zeilenoptik oder zur kontinuierlichen Durchstrahlung des zu untersuchenden Körpers unter gleichzeitiger Rotation von Strahlungsquelle, Optikelement und Empfänger als konstruktive Einheit, um das zu untersuchende Objekt sowie Verschiebung der gesamten konstruktiven Einheit in der Längsachse und damit Realisierung eines Tomographen.

Die Erfindung soll nachstehend anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert werden.

Es zeigen:

Fig. 1 Eine erfindungsgemäße Vorrichtung zur kontinuierlichen zerstörungsfreien Messung der Schichtdicke während des Schichtherstellungsprozesses;

Fig. 2 Ein Ausführungsbeispiel zur Photoelektronenenergieanalyse;

Fig. 3 Ein Ausführungsbeispiel unter Verwendung eines zweiten Optikelementes zur Erfassung der Sekundärstrahlung.

Der verfahrensmäßige Ablauf zur Röntgenfluoreszenzspektroskopie besteht dabei darin, daß die von einer Strahlungsquelle ausgesandte Strahlung ein Meßobjekt zur Aussendung der Fluoreszenzstrahlung anregt und diese

Fluoreszenzstrahlung von einem Empfänger erfaßt und nachfolgend ausgewertet wird, wobei die von mindestens einer zum Meßobjekt entfernt angeordneten Strahlungsquelle ausgesandte Strahlung mindestens einem ersten Optikelement zugeführt wird, die Strahlung in dem ersten Optikelement parallelisiert und/oder fokussiert und/oder monochromatisiert wird, die Strahlung unmittelbar nach Verlassen des ersten Optikelementes auf das Meßobjekt trifft, dort die Fluoreszenzstrahlung erzeugt und die so erzeugte Fluoreszenzstrahlung von in unmittelbarer Nähe zum Meßobjekt angeordneten Detektoren empfangen wird.

Als Strahlungsquelle findet im vorliegenden Ausführungsbeispiel eine luftgekühlte

Kleinleistungsröntgenröhre (1) Verwendung, deren Mikrofokus mit Hilfe des ersten Optikelementes (3) auf das Meßobjekt (2) abgebildet wird. Das erste Optikelement (3) ist konstruktiv in einem als Kupferrohr ausgebildeten inneren Gehäuse (5) angeordnet, welches der Kühlung des Halbleiterdetektors (4) dient, der unmittelbar über dem Meßort angeordnet ist. Auf diese Weise kann ein großer Teil der in dem Meßobjekt (2) angeregten charakteristischen Strahlung vom Detektor (4) erfaßt werden. Für die Montage des Detektors (4) sind verschiedene konstruktive Lösungen möglich. Der Detektor (4) kann beispielsweise als Ringdetektor mit einer Innenbohrung ausgeführt sein. Ebenso ist ein konzentrischer Aufbau durch eine geeignete Zahl parallel betriebener Einzeldetektoren möglich, wobei der Anregungsstrahl durch eine zwischen den Einzeldetektoren gebildeten Öffnung verläuft. Weiterhin ist es auch möglich, daß anstelle des Halbleiterdetektors andere Detektoren (4) mit geeigneten physikalischen und technischen Parametern zum Einsatz kommen.

Um einen Einbau der kompakten Vorrichtung beispielsweise in Rezipienten vornehmen zu können, aber auch um eine Wärmeisolation zu gewährleisten, wird das wärmeleitende Rohr (5) in einem weiteren als Rohr ausgebildeten äußeren Gehäuse (7), das vom Kühlrohr (5) isoliert ist, eingebracht. Dieses größere Rohr (7) ist im Falle der Montage in einen Rezipienten mit einem Flansch (10) versehen. Die elektrischen Verbindungen werden innerhalb der Vorrichtung geführt.

Das erste Optikelement (3) besteht aus dünnen, hohlen Glaskapillaren, welche aus einem Spezialglas hergestellt wurden. Die einzelnen Glaskapillaren werden zu dem kompletten ersten Optikelement (3) zusammengefügt. Hierdurch wird es möglich, divergente Röntgenstrahlen zu fokussieren, divergente Röntgenstrahlen in quasi-parallele Röntgenstrahlen zu wandeln, die Strahlungsrichtung der Röntgenstrahlen zu ändern bzw. umzulenken und die Röntgenstrahlung zu filtern und zu monochromatisieren.

Das innere Gehäuse (5) weist eine Öffnung (6) auf, durch welche die aus dem ersten Optikelement (3) austretende Strahlung verläuft. Im weiteren Verlauf passiert diese Strahlung auch die in dem äußeren Gehäuse (7) angeordnete Öffnung (8) mit dem Fenster (9). Das Fenster (9) ist im vorliegenden Ausführungsbeispiel aus Berillium ausgebildet, kann jedoch auch aus einer organischen Folie bestehen.

Die erzeugte Röntgenfluoreszenzstrahlung passiert ebenfalls die Öffnung (8) mit dem Fenster (9) und wird von den an der Außenfläche des inneren Gehäuses (5) angeordneten Detektoren (4) erfaßt und in einer nachge-

schalteten, in der Figur nicht dargestellten Elektronikschaltung, ausgewertet und weiterverarbeitet.

5 An dem inneren Gehäuse (5) ist zur Kühlung eine Peltierbatterie (11) angeordnet.

Findet anstelle der Röntgenfluoreszenzspektroskopie die Elektronenenergieanalyse Anwendung, so werden die nach Strahlungsanregung über das erste Optikelement vom
10 Meßobjekt ausgesandten Photoelektronen unterschiedlicher Energie von einem in unmittelbarer Nähe vom Meßobjekt angeordneten Analysator- und Detektionssystem empfangen.

15 Fig. 2 zeigt ein Ausführungsbeispiel zur Photoelektronenenergieanalyse, wobei die von einer Strahlungsquelle, bestehend aus einer Röntgenröhre 1 und einem Röntgenoptikelement 3, ausgesandte Strahlung ein Meßobjekt 2 zur Aussendung von Elektronen
20 unterschiedlicher Energie anregt und diese Elektronen von einem Elektron-Energie-Analysator mit nachgeschaltetem Detektor 4 ausgewertet werden.

25 Dabei ist ebenso der Strahlenausgang einer Röntgenröhre mit dem Strahlungseingang eines ersten Optikelementes verbunden, wobei das Optikelement in einem Gehäuse, welches an seiner Unterseite eine Öffnung aufweist und die Röntgenröhre mit dem Optikelement mittels eines Flansches an der Wand eines Rezipienten befestigt ist
30 und durch flexible Elemente eine Justage der Strahlungsquelle in Bezug auf die Oberfläche des Meßobjektes vorgenommen werden kann.

35 Die vorliegende Erfindung ist keinesfalls auf die mit diesem Ausführungsbeispiel beschriebene Vorrichtung be-

schränkt. Vielmehr ist es möglich, durch Variation der aufgezeigten Mittel weitere Vorrichtungen zu schaffen, ohne den Rahmen der Erfindung zu verlassen.

5 So ist die beschriebene Konstruktion auch für eine Kopplung mit einem Lichtmikroskop geeignet. In diesem Falle wird die im Mikroskop betrachtete Probe an der für die Analyse gewünschten Stelle markiert und aus der Mikroskopstellung in die Analysenstellung transportiert. Die Kopplung eines Lichtmikroskops an einen
10 Röntgenfluoreszenzanalytikeil erschließt insbesondere Applikationsfelder in der Medizin, Biologie, Umweltanalytik, Lebensmittelindustrie und in der pharmazeutischen Industrie. Eine derartige Kopplung ist besonders für solche Proben geeignet, die sich einer Präparation für die Untersuchung in Rasterelektronenmikroskopen entziehen.

Eine weitere mögliche Anwendung der Erfindung liegt in der Kopplung mit einem Elektronenmikroskop. Dabei wird
20 das in Fig. 3 gezeigte Ausführungsbeispiel im Rezipienten eines Transmissions- oder Rasterelektronenmikroskops schräg oberhalb oder schräg unterhalb des zu untersuchenden Meßobjektes 2a
25 angeordnet, so daß die im Meßobjekt 2a angeregte Röntgenstrahlung durch das zweite Optikelement 3a auf einen Detektor 4a trifft und dort in ein elektrisches Signal umgewandelt wird. Der Detektor 4a kann durch einen Kühlfinger 8, welcher gleichzeitig der Halterung
30 dient, gekühlt werden.

Dabei ist es zweckmäßig, das zweite Optikelement 3a und den Detektor 4a in einem gemeinsamen Gehäuse 5a unterzubringen. Das Gehäuse 5a besitzt eine Öffnung 6a, die mit einem Fenster 9a verschlossen sein kann, aber
35 nicht muß.

Das Fenster 9a kann aus Beryllium, einer anderen dünnen Metallfolie oder aus organischer Folie mit oder ohne Stützgitter bestehen. Auf eine Elektronenfalle, wie bisher üblich, kann verzichtet werden.

5

Der Vorteil des Einsatzes des Optikelementes 3a vor dem Detektor 4a besteht ebenfalls darin, daß auf einen Verschuß des Fensters bei sehr hohen Elektronenenergien verzichtet werden kann, was die Arbeit mit dem Elektronenmikroskop vereinfacht.

10

Auch unter dem Aspekt der Weiterentwicklung von Röntgengeräten und der Verringerung der Belastung des Menschen durch die ionisierende Strahlung sowie die Verbesserung des Informationsgehaltes von Röntgenbildern ist die Erfindung von Bedeutung, indem durch den Einsatz von Röntgenoptiken beiden Forderungen in hervorragender Weise entsprochen wird. Durch die Realisierung einer Zeilenoptik unter Verwendung der beschriebenen optischen Elemente ist eine linienförmige parallele Durchstrahlung des Körpers und auf der Empfangsseite durch röntgenempfindliche Empfängerzeilen bzw. Matrizen der Nachweis der Strahlenschwächungswerte möglich.

15

20

Die Digitalisierung und Speicherung der in den einzelnen Pixel der Zeile empfangenen Werte gestattet nach einer schnittförmigen Abtastung des gesamten Untersuchungsobjektes eine 3-D-Rekonstruktion des Bildes im Computer.

25

Die Verfügbarkeit von speziellen Programmen zur Bildmanipulation gestattet eine Erhöhung der Kontraste, der Falschfarbenzuordnung, das heißt insgesamt eine erheblich verbesserte Bildauswertung. Die hohe Empfindlichkeit der Zeilen und die Verwendung der Röntgenoptiken

30

gestatten, die Durchstrahlung mit geringen Intensitäten durchzuführen.

5 Durch Rotation von Strahlungsquelle, Optikelement und Empfänger als konstruktive Einheit um das Untersuchungsobjekt erhält man einen sehr einfachen, aber leistungsfähigen Tomographen, wobei bei dieser Arbeitsweise in der Längsachse des Untersuchungsobjektes eine Verschiebung der konstruktiven Einheit erfolgt und aus
10 den einzelnen Schnitten die 3-dimensionale Rekonstruktion des Körpers ermöglicht wird.

Weiterhin kann die Erfindung zur dreidimensionalen Röntgenfluoreszenzanalyse und somit zerstörungsfreien
15 Mikromaterialanalyse sowie zur Registrierung von kosmischer Röntgenstrahlung Verwendung finden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Röntgen-, Stoff- und Strukturanalyse,
5 wobei die von einer Strahlungsquelle ausgesandte
Primärstrahlung ein Meßobjekt zur Aussendung von
Sekundärstrahlung anregt und diese
Sekundärstrahlung von einem Empfänger erfaßt und
nachfolgend ausgewertet wird,
10 dadurch gekennzeichnet, daß
entweder

- die von mindestens einer zum Meßobjekt entfernt
angeordneten Strahlungsquelle ausgesandte
Primärstrahlung mindestens einem ersten
15 Optikelement zugeführt wird,

- die Primärstrahlung in dem ersten Optikelement
parallelisiert und/oder fokussiert und/oder
monochromatisiert wird,

20 - die Strahlung nach Verlassen des ersten
Optikelementes auf das Meßobjekt trifft, dort
eine Sekundärstrahlung erzeugt und die
Sekundärstrahlung von mindestens einem in
25 unmittelbarer Nähe zum Meßobjekt angeordneten
Analysator und/oder Detektionssystem empfangen
wird,

oder

30 - die Primärstrahlung dem Meßobjekt direkt
zugeführt wird,

15.

- die vom Meßobjekt ausgesandte Sekundärstrahlung mindestens einem zweiten Optikelement zugeführt wird
- die Sekundärstrahlung in dem zweiten Optikelement parallelisiert und/oder fokussiert und/oder gefiltert wird
- die Sekundärstrahlung nach Verlassen des zweiten Optikelementes auf ein Detektionssystem trifft und von diesem in ein elektrisches Signal umgewandelt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Primärstrahlung Röntgenstrahlung und die Sekundärstrahlung Fluoreszenzstrahlung ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Primärstrahlung aus Elektronen oder Röntgenstrahlen und die Sekundärstrahlung aus Röntgenstrahlung oder Photoelektronen besteht.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß zur Anregung der Sekundärstrahlung im Meßobjekt Röntgenstrahlen aus einer Röntgenröhre oder einem Synchrotron oder einem radioaktiven Nuklid oder Elektronenstrahlen oder Ionenstrahlen oder andere Teilchenstrahlen verwendet werden.

5. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, daß
das erste und das zweite Optikelement aus
anorganischen oder organischen Materialien oder
einer Kombination daraus besteht und eine Vielzahl
sehr dünner, hohler Kapillaren aufweist, wobei die
anorganischen Materialien beispielsweise Glas
und/oder Keramik und/oder Metall und die
organischen Materialien Polymere oder Monomere
und/oder Polymergemische und/oder Komposite mit
polymerer Matrix sein können.
6. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,
dadurch gekennzeichnet, daß
das Detektionssystem aus Szintillations- und/oder
Proportional- und/oder Halbleiterdetektoren be-
steht, wobei die Halbleiterdetektoren dotierte oder
reine Einelementhalbleiter oder Verbundhalbleiter
sind.
7. Verfahren nach Anspruch 1 oder 3,
dadurch gekennzeichnet, daß
das Analysatorsystem aus einem elektrostatischen
oder magnetischen oder gekoppelten
Elektronenenergieanalysator mit einem
nachgeschalteten Detektor besteht.
8. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, daß
das Meßobjekt selbst eine Röntgenquelle ist und im
Röntgenspektralbereich Strahlung emittiert.

9. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, daß
5 das Meßobjekt entweder feststeht oder entlang der
Optikelemente und/oder die Optikelemente entlang
dem Meßobjekt bewegt werden und/oder durch die
Bewegung des Meßobjektes in der Meßebeine eine
punktförmige Abrasterung der Oberfläche erfolgt.
10. Vorrichtung zur Elektronenenergieanalyse bestehend
aus mindestens einer Strahlungsquelle zur Anregung
und mindestens einen Analysator mit
nachgeschaltetem Detektor zum Empfang der
15 Photoelektronen,
dadurch gekennzeichnet, daß
zwischen Strahlungsquelle (1) und Meßobjekt (2)
mindestens ein erstes Optikelement (3) und in
unmittelbarer Nähe zum Meßobjekt (2) mindestens ein
20 Detektor (4) angeordnet ist.
11. Vorrichtung nach Anspruch 10,
dadurch gekennzeichnet, daß
25 der Strahlenausgang (1a) einer Röntgenröhre (1) mit
dem Strahlungseingang (3a) eines ersten
Optikelementes (3) verbunden ist, wobei das
Optikelement (3) in einem Gehäuse (5), welches an
seiner Unterseite eine Öffnung (6) aufweist und die
30 Röntgenröhre (1) mit dem ersten Optikelement (3)
mittels eines Flansches an der Wand eines
Rezipienten befestigt ist und durch flexible
Elemente eine Justage der Strahlungsquelle in Bezug
auf die Oberfläche des Meßobjektes (2) vorgenommen
35 werden kann.

12. Vorrichtung zur Messung von Röntgenstrahlung, bestehend aus einem Röntgenstrahlung emittierenden Objekt (2a), mindestens einem Detektor (4a) zum Empfang der Röntgenstrahlung und ihrer nachfolgenden Auswertung, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen dem Objekt (2a) und dem/den Detektor(en) (4a) mindestens ein zweites Optikelement (3a) angeordnet ist.
13. Vorrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß
- sich mindestens ein Optikelement (3a) in einem gemeinsamen Gehäuse (5a) mit dem/den Detektor(en) (4a) befindet und
 - das gemeinsame Gehäuse (5a) eine Öffnung (6a) aufweist, wobei
 - die Öffnung (6a) mit einem Fenster (9a) verschlossen ist, und
 - das Fenster (9a) aus Beryllium und/oder einer dünnen organischen Folie besteht.
14. Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzspektroskopie, bestehend aus mindestens einer Strahlungsquelle zur Anregung und mindestens einem Detektor zum Empfang der Fluoreszenzstrahlung, dadurch gekennzeichnet, daß

zwischen Strahlungsquelle (1) und Meßobjekt (2) mindestens ein erstes Optikelement (3) und in unmittelbarer Nähe zum Meßobjekt (2) mindestens ein Detektor (4) angeordnet ist.

5

15. Vorrichtung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß

10

der Strahlungsausgang (1a) einer Röntgenröhre (1) mit dem Strahlungseingang (3a) eines Optikelementes (3) verbunden ist, wobei das Optikelement (3) in einem inneren Gehäuse (5), welches an seiner Unterseite eine Öffnung (6) und Detektoren (4) aufweist, angeordnet ist und das innere Gehäuse (5) von einem äußeren Gehäuse (7) umgeben ist, welches eine Öffnung (8) aufweist.

15

16. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 10, 12 oder 14,

20

dadurch gekennzeichnet, daß

25

das erste Optikelement (3) und das zweite Optikelement (3a) aus anorganischen oder organischen Materialien oder einer Kombination daraus besteht und eine einzelne oder eine Vielzahl sehr dünner, hohler Kapillaren aufweist, wobei die anorganischen Materialien beispielsweise Glas und/oder Keramik und/oder Metall und die organischen Materialien Polymere und/oder Polymergemische und/oder Komposite mit polymerer Matrix sein können.

30

17. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 10, 12, 14 oder 16,

35

dadurch gekennzeichnet, daß
die Optikelemente (3) und/oder (3a) als Linse oder
paralleles Bündel von Kapillaren ausgebildet sind.

5

18. Vorrichtung nach Anspruch 17,
dadurch gekennzeichnet, daß
die Linse eine Halblinse oder eine Vollenlinse ist.

10

19. Vorrichtung nach Anspruch 11 oder 15
dadurch gekennzeichnet, daß
die Röntgenröhre (1) eine luftgekühlte
Kleinleistungsrontgenröhre ist.

15

20. Vorrichtung nach Anspruch 15,
dadurch gekennzeichnet, daß
die Öffnung (8) im äußeren Gehäuse (7) mit nur
einem gemeinsamen Fenster (9) für Strahlenausritt
und Strahleneintritt verschlossen ist.

20

21. Vorrichtung nach Anspruch 20,
dadurch gekennzeichnet, daß
das Fenster (9) aus Beryllium oder einer
Polymerfolie besteht.

25

22. Vorrichtung nach Anspruch 15,
dadurch gekennzeichnet, daß
das äußere Gehäuse (7) einen Flansch (10) aufweist
und an dem inneren Gehäuse (5) ein Kühlkörper (11)
angeordnet ist.

30

35

23. Vorrichtung nach Anspruch 22,
dadurch gekennzeichnet, daß
der Kühlkörper (11) eine Peltierbatterie ist.
24. Vorrichtung nach Anspruch 15,
dadurch gekennzeichnet, daß
die Gehäuse (5 und 7) als Rohre ausgebildet sind,
das Gehäuse (5) aus gut wärmeleitendem Metall
besteht und die Gehäuse (5 und 7) thermisch
voneinander isoliert sind.
25. Vorrichtung nach Anspruch 14 oder 15,
dadurch gekennzeichnet, daß
der Detektor (4) als Ringdetektor mit Innenbohrung
ausgebildet ist oder aus mehreren einzelnen
Detektoren besteht, welche derart angeordnet sind,
daß zwischen ihnen eine Öffnung für den
Strahlendurchgang der Anregungsstrahlung gebildet
wird.
26. Verwendung eines zwischen Strahlungsquelle und Meß-
objekt angeordneten ersten Optikelementes,
bestehend aus einer Vielzahl sehr dünner, hohler
Kapillaren aus beispielsweise Glas und/oder Keramik
und/oder Metall und/oder Polymeren und/oder
Polymergemischen und/oder Kompositen mit polymerer
Matrix zur Messung der Schichtdicke mittels
Röntgenfluoreszenzspektroskopie.

27. Verwendung eines zwischen Strahlungsquelle und Meß-
objekt angeordneten ersten Optikelementes und/oder
zwischen Objekt (2a) und Detektor (4a) angeordnetem
zweiten Optikelementes (3a), bestehend aus einer
5 Vielzahl sehr dünner, hohler Kapillaren aus
beispielsweise Glas und/oder Keramik und/oder
Matall und/oder Polymeren und/oder Polymergemischen
und/oder Kompositen mit polymerer Matrix zur
Materialanalyse in Kopplung mit einem Mikroskop.
10
28. Verwendung eines zwischen Strahlungsquelle und Meß-
objekt angeordneten ersten Optikelementes,
bestehend aus einer Vielzahl sehr dünner, hohler
15 Kapillaren aus beispielsweise Glas und/oder Keramik
und/oder Matall und/oder Polymeren und/oder
Polymergemischen und/oder Kompositen mit polymerer
Matrix zur kontinuierlichen linienförmigen
Durchstrahlung des zu untersuchenden Objektes bzw.
20 Körpers und damit Realisierung einer Zeilenoptik.
29. Verwendung eines zwischen Strahlungsquelle und Meß-
objekt angeordneten ersten Optikelementes,
25 bestehend aus einer Vielzahl sehr dünner, hohler
Kapillaren aus beispielsweise Glas und/oder Keramik
und/oder Matall und/oder Polymeren und/oder
Polymergemischen und/oder Kompositen mit polymerer
Matrix zur Durchstrahlung des zu untersuchenden
30 Objektes unter gleichzeitiger Rotation von
Strahlungsquelle, Optikelement und Empfänger als
konstruktive Einheit, um das zu untersuchende
Objekt sowie Verschiebung der gesamten
35 konstruktiven Einheit in der Längsachse und damit
Realisierung eines Tomographen.

30. Optikelement nach Anspruch 28 oder 29,
dadurch gekennzeichnet, daß
5 eine Kreis - Zeilenoptik realisiert ist.
31. Verwendung einer Vorrichtung nach Anspruch 12 zur
Registrierung von kosmischer Röntgenstrahlung in
10 einer erdnahen Umlaufbahn und im erdfernen Kosmos.
32. Verwendung einer Vorrichtung nach Anspruch 12
- bei der das zweite Optikelement einen scharfen
15 Brennfleck besitzt und
 - bei der das zweite Optikelement so kontinuierlich
und definitiv verstellbar ist, daß der Brennfleck
definiert auf der Objektoberfläche und/oder im
20 Objektinneren positioniert werden kann
 - die Strahlungsquelle so ausgerichtet ist, daß
vornehmlich oder ausschließlich ein definiertes
Volumen im Objekt zur Emission von
25 Röntgenstrahlung angeregt wird und damit eine
dreidimensionale Röntgenfluoreszenzanalyse und
somit eine zerstörungsfreie Mikromaterialanalyse
möglich ist.

1/2

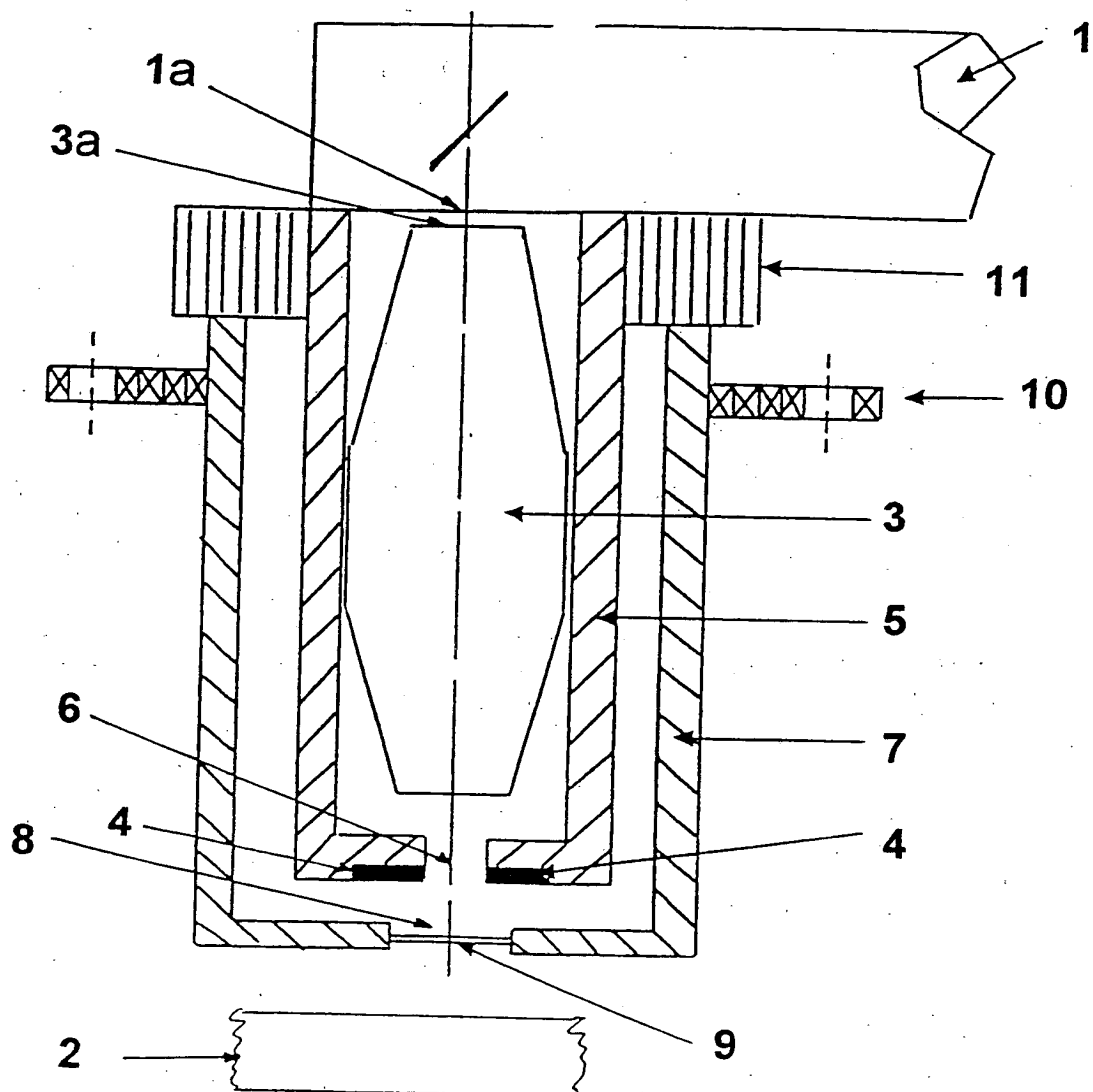


FIG. 1

2/2

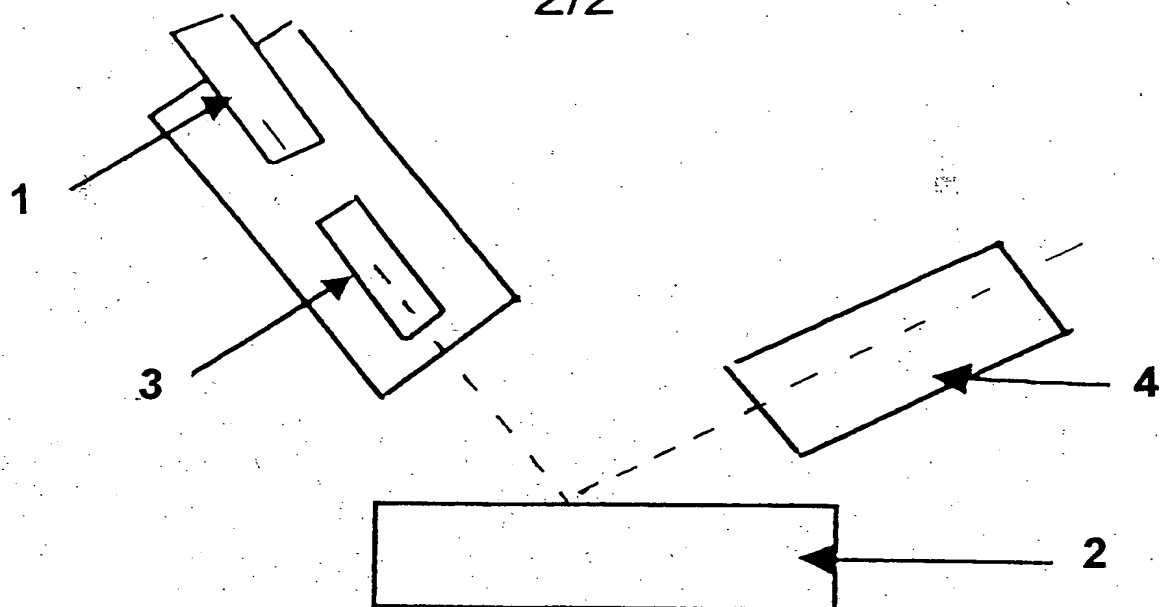


FIG. 2

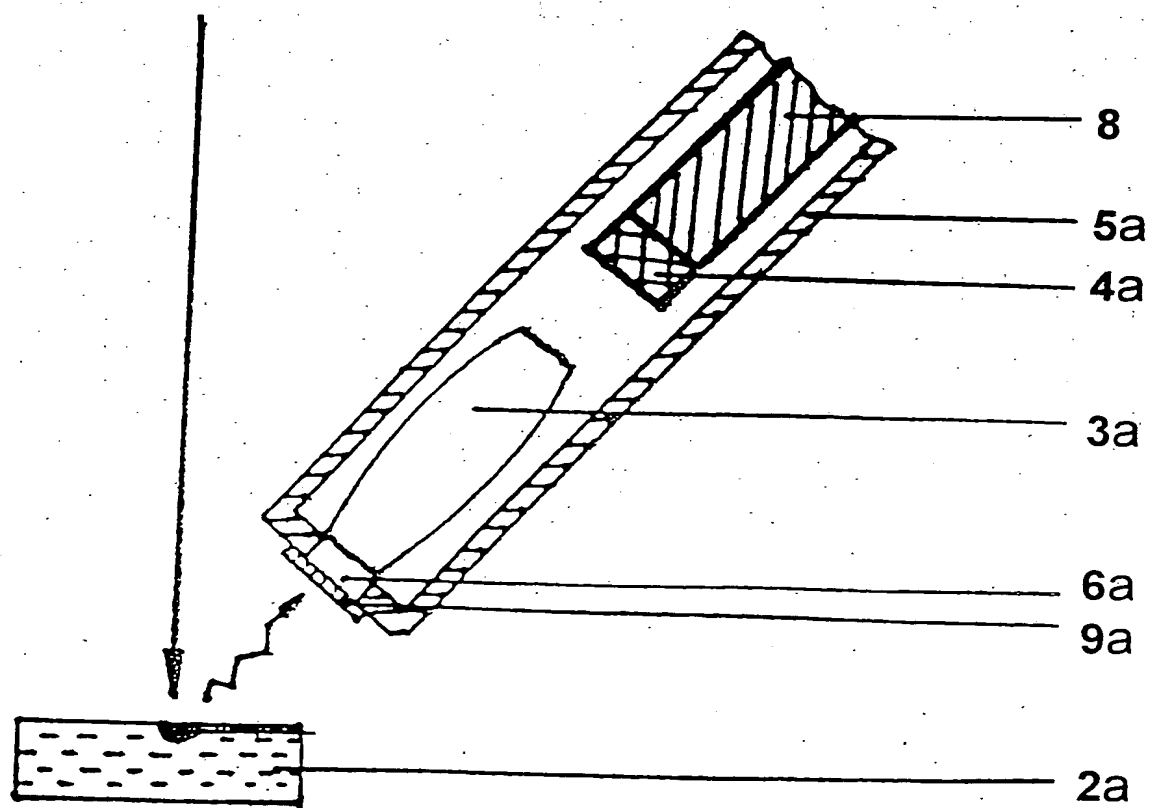


FIG. 3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/DE 95/00329

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 6 G01N23/223 G21K1/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 G01N G21K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO,A,92 08235 (THE INSTITUTE FOR X-RAY OPTICAL SYSTEMS, INC.) 14 May 1992 see the whole document ---	1-32
X	EP,A,0 318 012 (HITACHI,LTD.) 31 May 1989 see the whole document -----	1,2,4,9, 14

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

13 July 1995

Date of mailing of the international search report

9. 07. 95

Name and mailing address of the ISA
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+ 31-70) 340-3016

Authorized officer

Scheu, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/DE 95/00329

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO-A-9208235	14-05-92	US-A- 5192869	09-03-93
		US-A- 5175755	29-12-92
		AU-A- 9032291	26-05-92
		CA-A- 2095222	01-05-92
		EP-A- 0555376	18-08-93
		JP-T- 7504491	18-05-95
EP-A-0318012	31-05-89	JP-A- 1141343	02-06-89
		DE-D- 3885575	16-12-93
		DE-T- 3885575	26-05-94
		US-A- 4916720	10-04-90

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 95/00329

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 6 G01N23/223 G21K1/06

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 6 G01N G21K

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	WO,A,92 08235 (THE INSTITUTE FOR X-RAY OPTICAL SYSTEMS, INC.) 14. Mai 1992 siehe das ganze Dokument ---	1-32
X	EP,A,0 318 012 (HITACHI,LTD.) 31. Mai 1989 siehe das ganze Dokument -----	1,2,4,9, 14

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

& Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

13. Juli 1995

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

19. 07. 95

Name und Postanschrift der Internationale Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+ 31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Scheu, M

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 95/00329

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO-A-9208235	14-05-92	US-A- 5192869	09-03-93
		US-A- 5175755	29-12-92
		AU-A- 9032291	26-05-92
		CA-A- 2095222	01-05-92
		EP-A- 0555376	18-08-93
		JP-T- 7504491	18-05-95

EP-A-0318012	31-05-89	JP-A- 1141343	02-06-89
		DE-D- 3885575	16-12-93
		DE-T- 3885575	26-05-94
		US-A- 4916720	10-04-90

THIS PAGE BLANK (USPTO